

PRODUCTION OF AROMATIC POLYESTER RESIN-BASED FOAMED SHEET

Patent Number: JP11166066
Publication date: 1999-06-22
Inventor(s): NAKAMURA MASAOKI; NAKAMICHI MIKIYOSHI; SEZAKI FUMIYASU; TOMITA HARUO
Applicant(s): KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD
Requested Patent: ☐ JP11166066
Application Number: JP19970331462 19971202
Priority Number(s):
IPC Classification: C08J9/14; B29C47/00; C08L67/02
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polyester resin foamed sheet capable of being suitably used for heat-resistant containers, heat-insulating containers, shock-absorbing package materials and the like.
SOLUTION: This method for producing an aromatic polyester resin foamed sheet includes melting and mixing an aromatic polyester resin with a foaming agent in an extruder, extruding and foaming the melted product into a pressure-reduced region, and subsequently extending the foamed sheet in the flow direction and in the width direction. Therein, an aromatic polyester-based resin modified so as to give the maximum elongation index of 5-50 at the extrusion temperature and a tension of 3-30 centineuton at an elongation index of 2, is used.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-166066

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月22日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
C 0 8 J 9/14	CFD	C 0 8 J 9/14
B 2 9 C 47/00		C 0 8 J 9/14
C 0 8 L 67/02		B 2 9 C 47/00
// B 2 9 K 67:00		C 0 8 L 67/02
105: 04		

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平9-331462

(22) 出願日 平成9年(1997)12月2日

(71) 出願人 000000941

鎗淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72) 発明者 中村 正明

大阪府摂津市島飼西5-5-35-404

(72) 発明者 中道 幹芳

大阪府摂津市島飼西5-5-31-508

(72) 発明者 瀬▲崎▼ 文康

大阪府摂津市島飼西5-2-23-E-305

(72) 発明者 富田 春生

兵庫県神戸市須磨区多井畑東町28-1

(74) 代理人 弁理士 朝日奈 宗太 (外1名)

(54) 【発明の名称】 芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法

(57) 【要約】

【課題】 耐熱容器、断熱容器、緩衝包装材などに好ましく使用しうるポリエステル系樹脂発泡シートをえる。

【解決手段】 芳香族ポリエステル系樹脂を押出機内で発泡剤と熔融混合し、この熔融物を低圧域にシート状に押出して発泡させたのち、流れ方向および幅方向に引き延ばして発泡シートとする芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法において、押出温度における、最大伸び指数が5～50かつ、伸び指数2における張力が3～30センチニュートンとなるように変性した芳香族ポリエステル系樹脂を用いて芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートを製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 芳香族ポリエステル系樹脂を押出機内で発泡剤と溶融混合し、えられた溶融物を低圧域にシート状に押し出して発泡させたのち、流れ方向および幅方向に引き延ばして発泡シートとするポリエステル系樹脂発泡シートの製法において、押出温度における、最大伸び指数が5～70で、伸び指数2における張力が3～30センチニュートンとなるように変性した芳香族ポリエステル系樹脂を用いることを特徴とする芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法に関する。さらに詳しくは、たとえば耐熱容器、断熱容器、緩衝包装材料などに好ましく使用しうる芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法に関する。

【0002】

【従来の技術】ポリエチレンテレフタレートなどの芳香族ポリエステル系樹脂は、機械的性質、耐熱性、耐薬品性、寸法安定性などにすぐれているため、射出成形品、ブロー成形品、フィルム、繊維など広範囲な用途に用いられている。しかしながら、該芳香族ポリエステル系樹脂は結晶性樹脂であるため、結晶融点以下の温度では加工が困難であり、結晶融点をこえる温度では著しく粘度が低下するため、押出发泡成形のような方法で良好な発泡体をうることはきわめて困難であるという欠点がある。

【0003】こうした欠点を改良する方法として、芳香族ポリエステル系樹脂を押出发泡成形する際に、樹脂の溶融粘度を上昇させるような物質を加えることにより押出发泡による発泡体の製造を容易にする方法が提案されている。たとえば特開平2-150434号公報では、1分子中に2個以上の酸無水物基を有する化合物を該樹脂に混合する方法が提案され、特開平5-251543号公報では、1分子中に2個以上の酸無水物基を有する化合物と特定の金属化合物とを組み合わせる方法が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】前記従来の技術は、ポリエステル系樹脂の押出发泡成形を容易にするために、基材樹脂である芳香族ポリエステル系樹脂の溶融時の粘度を高くしようとするものであるが、サーキュラダイとマンドレルとを用いて押出发泡シートを製造しようとする際に、前記従来の技術の方法を利用して基材樹脂の溶融粘度を高くしても、シートにしわや歪みが生じたり、気泡の破れや形状が不揃いになるなど、必ずしも満足のできる品質の発泡シートはえられない。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、押出发泡

における前記押出发泡シートの成形性が必ずしもよくない原因について鋭意検討を重ねた結果、芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製造において、基材樹脂の示す溶融時のある種の伸び特性が押出直後の発泡性樹脂を発泡シート状に成形する際のシート成形性に関連し、特定の伸び特性を有する樹脂を基材樹脂とすることによって優れた品質の発泡シートがえられることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】すなわち本発明は、芳香族ポリエステル系樹脂を押出機内で発泡剤と溶融混合し、えられた溶融物を低圧域にシート状に押し出して発泡させたのち、流れ方向および幅方向に引き延ばして発泡シートとするポリエステル系樹脂発泡シートの製法において、押出温度における、最大伸び指数が5～70で、伸び指数2における張力が3～30センチニュートンとなるように変性した芳香族ポリエステル系樹脂を用いることを特徴とする芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法（請求項1）に関する。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明に用いられる芳香族ポリエステル系樹脂は、芳香族ジカルボン酸を主とする（カルボン酸成分の85モル%以上）カルボン酸成分と、脂肪族ジオールを主とする（ジオール成分の85モル%以上）ジオール成分とを重縮合してえられる芳香族ポリエステル系樹脂である。

【0008】前記芳香族ジカルボン酸の具体例としては、たとえばテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、ジフェニルエーテルジカルボン酸、ジフェニルスルホンジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸などがあげられる。これらは単独で用いてもよく2種以上を組み合わせ用いてもよい。これらの中ではテレフタル酸、ナフタレンジカルボン酸が工業的に利用しやすいという点から好ましく用いられる。

【0009】前記脂肪族ジオールの具体例としては、たとえばエチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、シクロヘキサジメチロール、トリシクロデカンジメチロール、2, 2-ビス(4-β-ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン、4, 4'-ビス(β-ヒドロキシエトキシ)ジフェニルスルホンなどがあげられる。これらは単独で用いてもよく2種以上を組み合わせ用いてもよい。これらのうちではエチレングリコール、ブタンジオールが工業的に利用しやすいという点から好ましく用いられる。

【0010】前記芳香族ポリエステル系樹脂の具体例としては、たとえばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリヘキサメチレンテレフタレート、ポリシクロヘキサジメチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンナフタレートなどがあげられる。

これらは単独で用いてもよく2種以上を組み合わせる用いてもよい。2種以上組み合わせる用いるばあいの組み合わせ方にはとくに限定はない。たとえば、共重成分やモル比が異なるものおよび（または）分子量が異なるものなどが任意に組み合わせられて用いられる。

【0011】前記芳香族ポリエステル系樹脂の固有粘度としては、フェノール/テトラクロロエタンの混合物（重量比1/1）を溶媒として23℃で測定した値で、0.5～1.2dl/gであることが好ましい。

【0012】本発明においては、前記芳香族ポリエステル系樹脂が、押出発泡成形を行なうときの押出温度における最大伸び指数が5～70で伸び指数2における張力が3～30センチニュートンとなるように変性されていることが必要である。

【0013】前記押出発泡成形を行なうときの押出温度とは、発泡剤を含んだ芳香族ポリエステル系樹脂が押出機から押し出されるとききの樹脂温度をいう。通常、該芳香族ポリエステル系樹脂の融解温度以上で分解温度未満の温度範囲から選ばれる。押出発泡を継続する間はできるだけ変動のないようにすることが好ましく、±5℃以内、さらには±2℃以内に変動を抑えることが好ましい。

【0014】また、前記伸び指数とは、キャピラリーレオメーター（東洋精機（株）製 キャピログラフ）を用いて測定することができ、所定の温度（押出発泡を行なうときに設定しようとする樹脂温度と同じ温度）に加熱して、溶融している樹脂を入り口角90度、径1mm、長さ10mmのキャピラリーダイから一定の押出速度で押し出したストランドを引き取りロールで挟んで引き取るとききの引取速度とダイからの押出速度との比、すなわち引取速度/押出速度をいい、前記最大伸び指数とは、前記の操作で、引取速度を0.4m/sec²の加速度で増加させながら引き取り、ストランドが破断したとききの伸び指数をいう。

【0015】前記押出速度は通常0.4～3m/min、さらには0.45～2.7m/minである。

【0016】さらに、前記伸び指数2における張力とは、前記伸び指数の測定において溶融樹脂が示す応力を測定し、伸び指数が2のとききの応力をいう。

【0017】前記最大伸び指数は5～70、好ましくは5～50、さらに好ましくは5～45である。前記伸び指数が5～70であるために、発泡倍率や気泡径が均一でしわや厚みむらのない発泡シートを安定して製造することができる。前記最大伸び指数が5未満のばあいには、発泡シートを均一な厚さに引き伸ばすことが困難となり、50をこえるばあいにはしわが発生しやすくなる。

【0018】また前記伸び指数2における張力は3～30センチニュートン、好ましくは5～30センチニュートン、さらに好ましくは10～30センチニュートンで

ある。前記伸び指数2における張力が3～30センチニュートンであるために発泡倍率や気泡径が均一でしわや厚みむらのない発泡シートを安定して製造することができる。前記伸び指数2における張力が3センチニュートン未満のばあいには破泡や裂けなどが生じて十分な発泡シートがえられなくなり、30センチニュートンをこえるばあいには発泡倍率の低下やしわの発生などにより十分な発泡シートがえられなくなる。

【0019】本発明に用いられる芳香族ポリエステル系樹脂の変性方法としては、所定の特性がえられる限りとくに限定はないが、たとえばつぎのような方法を用いることができる。

【0020】芳香族ポリエステル系樹脂に、ピロメリット酸、ナフタレンテトラカルボン酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ナフタレントリカルボン酸などの3個以上のカルボン酸とトリフェニルホスファイトのようなホスファイト化合物とを加えてベント押出する。

【0021】前記方法で用いられる3個以上のカルボン酸としては、工業的利用が容易である点からピロメリット酸が好ましい。

【0022】前記3個以上のカルボン酸の使用量は、押し出される樹脂の特性が本発明で特定される範囲内になるように、押出発泡を行なう際の押出条件に応じて調整すればよいが、通常、芳香族ポリエステル系樹脂100部に対し0.1～3部、さらには0.3～2部が好ましい。3部をこえるばあいには変性した樹脂の最大伸び指数や張力を安定して発現させることが困難となる傾向となり、0.1部未満のばあいには、変性による効果が十分にえられにくい傾向にある。

【0023】前記方法で用いられるホスファイト化合物としては、工業的利用が容易である点からトリフェニルホスファイトが好ましい。

【0024】前記ホスファイト化合物の使用量は、押し出される樹脂の特性が本発明で特定される範囲内になるように、押出発泡を行なう際の押出条件に応じて調整すればよいが、通常、芳香族ポリエステル系樹脂100部に対し0.05～1部、さらには0.1～0.8部が好ましい。1部をこえるばあい、変性した樹脂の最大伸び指数や張力を安定して発現させることが困難となる傾向になり、0.05部未満のばあいには、変性による効果が十分にえられにくい傾向にある。

【0025】本発明においては、変性された芳香族ポリエステル系樹脂は押出機内で一定時間、滞留したのちに押し出される。押出機から押し出されるとききの樹脂の特性は前記の変性方法に加えて押出機中の樹脂温度、混練程度、滞留時間などにより変化する性質を有する。

【0026】さらに、前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂には、発泡時の気泡調整剤として、タルクのような造核剤を配合することができ、また、その他必要に応じて安定剤、顔料、充填剤、難燃剤、帯電防止剤などを

適宜配合してもよい。

【0027】本発明では、前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂を押出機内で発泡剤と熔融混合し、この熔融物を低圧域にシート状に押し出して発泡させたのち、流れ方向および幅方向に引き延ばして発泡シートを製造する。

【0028】前記発泡剤としては、加熱により分解しガスを発生する固体状分解型発泡剤、加熱により気化する液体状揮発型発泡剤および加圧下で樹脂に溶解しうるガス型発泡剤などがあげられる。

【0029】前記固体状分解型発泡剤の具体例としては、たとえばアゾジカルボンアミド、ジニトロソペンタメチレンテトラミン、ヒドラゾジカルボンアミド、重炭酸ナトリウムなどがあげられる。

【0030】また、前記液体状揮発型発泡剤の具体例としては、たとえばブタン、ペンタン、ヘキサンのような飽和脂肪族炭化水素、シクロヘキサンのような飽和脂環族炭化水素、ベンゼン、キシレンのような芳香族炭化水素、塩化メチレンのようなハロゲン化炭化水素、フロン12、フロン22、フロン113、フロン142b（商品名、デュボン社製）のようなフルオロクロロ置換炭化水素などがあげられる。

【0031】さらに、前記ガス型発泡剤の具体例としては、チッ素、二酸化炭素などがあげられる。

【0032】発泡剤として固体状分解型発泡剤を使用するばあい、前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂を基材樹脂とし、固体状分解型発泡剤を含む樹脂組成物として押出機に供給するのが好ましく、また、液体状揮発型発泡剤やガス型発泡剤を使用するばあいには、押出機の途中から圧入するのが好ましい。

【0033】前記発泡剤の中では液体状揮発型発泡剤およびガス型発泡剤が発泡体の気泡径を微細かつ均一にしやすいという点から好ましい。前記発泡剤は単独で用いてもよく2種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0034】前記発泡剤の使用量にはとくに限定がなく、えられる発泡シートに所望される発泡倍率に応じて適宜調整すればよい。通常、発泡剤の使用量は、前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂100部に対して固体状分解型発泡剤のばあい1～50部、さらには2～30部程度であり、また液体状揮発型発泡剤やガス型発泡剤のばあい0.5部～20部、さらには1～15部程度であるのが好ましい。固体状分解型発泡剤のばあいの使用量が1部未満のばあいには発泡が不十分となり、50部をこえると粗大な気泡が混入しやすい傾向がある。また、液体状揮発型発泡剤やガス型発泡剤のばあいの使用量が0.5部未満のばあいには発泡が不十分となり、20部をこえると気泡径が不均一になりやすい傾向がある。

【0035】前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂と発泡剤との熔融混合には、単軸押出機、多軸押出機、タ

ンデム型押出機などの押出機が用いられる。

【0036】前記押出機の中ではタンデム型押出機が発泡シートを安定的に製造するために必要となる前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂と発泡剤との熔融混合を充分に行なうことができる、発泡性樹脂組成物の圧力や温度を所望の条件に調整しやすいなどの点から好ましい。

【0037】押出發泡法による発泡シートの製造は、たとえば以下のようにして行なわれる。

【0038】前記変性した芳香族ポリエステル系樹脂を基材樹脂とする樹脂（固体状分解型発泡剤や前記造核剤などを含んだ組成物としてでもよい）を前記のような押出機に供給して熔融し、発泡剤と熔融混合して発泡剤を含有する発泡性樹脂組成物にする。押出機の先端には口金が付設され、この口金には直線状または円環状の断面形状を有する押出孔が設けられており、この押出孔から前記発泡性樹脂組成物を低圧域にシート状に押し出して発泡させる。

【0039】押出機の温度は、芳香族ポリエステル系樹脂の融解温度以上で分解温度未満の温度範囲から選ぶことができる。通常は、230～300℃である。押出機の容量、スクリュウ回転数などは、所望の押出速度に応じて選べばよく、押出速度は通常15～500kg/hとされる。

【0040】前記低圧域とは、通常大気圧下であるが、必要に応じて大気圧よりも低くなるように減圧された雰囲気でもよい。前記発泡性樹脂組成物は高圧域の押出機内から低圧域に押し出されることにより発泡される。

【0041】押出發泡法によって発泡体を製造するばあい、押出直後の発泡体は高温の状態から冷却されて固化するまでの間に形が整えられて1次発泡成形体となる。目的とする1次発泡成形体がボード状や棒状で肉厚であるばあいには、冷却固化に要する時間が長くなるために基材樹脂のドロウダウンによる破泡や気泡の合一化がおこる。それらを防ぐために樹脂の熔融粘度を高くしたり熔融張力を高くすることが必要であると従来考えられていた。一方、目的とする1次発泡成形体が発泡シートのばあいには、所望の厚さや目付量とするために押出直後の比較的薄肉の発泡体を縦横方向にさらに引き延ばして成形される。しかし、こうした発泡シートの1次成形では、樹脂の熔融粘度や熔融張力が高くてもシート状に成形する際にシートが一樣に引き伸ばされずにしわが発生するなど、必ずしも1次成形性が良好ではないことを本発明者らは見出した。さらに、検討の結果、発泡時の温度における基材樹脂の伸び特性を管理する、具体的には最大伸び指数と所定の伸び指数のときの熔融張力とが所定の範囲になるように調整することにより芳香族熱可塑性ポリエステル系樹脂発泡シートの1次成形性が改良されることを見出した。

【0042】発泡シートの1次成形では、基材樹脂は押

出直後の発泡開始に伴い、薄肉のセル膜を形成し、そのあとのセルの膨張に伴って膜が引き伸ばされる。セル膜を形成する樹脂はこうした変形に対する応力を発生するが、この応力が大きすぎるとセルの膨張がし難くなるために所望の発泡倍率がえられなくなり、応力が小さすぎるとセルは容易に膨張するために気泡が粗大化してしまい、微細気泡の発泡体がえられなくなる。さらに、抵抗力が高すぎるばあい、シートを引き取るために多大な力を必要とするため充分にシートを引き伸ばすことができなくなる。一方、シート成形時には押出後の樹脂を平面方向に引き伸ばすことが必要となるため、樹脂もそうした変形を許容できる柔軟性を有することが必要となる。

【0043】前記シート状に押し出された発泡シートは幅方向および流れ方向に引き延ばされて所望の厚さのシートに成形されたのち、冷却されて発泡シートの1次成形品としてえられる。

【0044】幅方向とは、押し出されるシートの進行方向と垂直の方向であり、流れ方向とは押し出されるシートの進行方向のことである。

【0045】発泡シートの1次成形品押出孔の断面形状が円環状で押し出される発泡シートが円筒状であるばあいには、押出機の前方に押出孔の径の1.1～5倍程度の外径を有する円筒状のマンドレルを中心軸が発泡シートの進行方向と平行となるように配置して、押出直後の発泡シートをマンドレルに導いて発泡シートの内面をマンドレルに接触させながら進行させ、発泡シートが冷却固化したのち一部を切り開くことにより平坦な発泡シートをうることができる。

【0046】本発明によって製造される発泡シートは、その用途に応じてさまざまな厚さとして用いることができるが、その厚さを0.5～5mm、さらには0.5～3mmとすることが好ましい。厚さが0.5mm未満のばあい、発泡シートの強度や剛性が不足する傾向があり、5mmをこえるばあいは厚さ方向の気泡径の均一性が損なわれやすい傾向がある。また、その密度を好ましくは0.6g/cm³以下、さらに好ましくは0.5g/cm³以下で好ましくは0.05g/cm³以上、さらに好ましくは0.1g/cm³以上とすることによって、軽量性などの発泡体としての利点を生かすことができる。さらには、発泡シート中に存在する気泡の独立気泡率を80%以上、好ましくは90%以上とすることで断熱性をより高めることができる。

【0047】平均セル径としては、10～2000μm、さらには30～500μmが好ましい。平均セル径が10μm未満のばあい、2次成形用素材として利用しようとするときに成形性が低下する傾向になり、2000μmをこえるとシートの機械的特性が充分でなくなる傾向がある。

【0048】本発明の製法によりえられる芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートは、たとえばそのまま緩衝

材、包装材などに使用できるほか、耐熱容器、断熱容器、緩衝包装材などに加工するための1次成形材などに好ましく使用しうる。

【0049】

【実施例】つぎに、本発明の芳香族ポリエステル系樹脂発泡シートの製法を実施例にもとづいてさらに詳細に説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

【0050】なお、芳香族ポリエステル系樹脂の溶融物性、見かけ密度、気泡の大きさ、独立気泡率、シート外観は以下の方法で測定した。

【0051】(芳香族ポリエステル系樹脂の溶融物性) 長さ10mm、径1mm、入り口角90度のキャピラリーダイを取り付けたキャピログラフ(東洋精機(株)製)に樹脂約20gを供給し、所定の温度に保ちながら0.91m/minの押出速度で押し出したストランドを引き取りロールで挟んで初速度1.0m/min、加速度0.4m/sec²の引取速度で引き取りながら、樹脂の応力を測定した。

【0052】引取速度が18.2m/minのときの応力を伸び指数2における溶融張力とした。

【0053】ストランドが破断したときの引取速度を測定し、

(破断したときの引取速度) / (押出速度)

を最大伸び指数とした。

【0054】(見かけ密度) JISK7112「プラスチックの密度と比重の測定方法」のA法(水中置換法による測定方法)に準じて測定した。

【0055】(平均セル径) 透過型電子顕微鏡を用いてASTM D3576に準じて測定した。

【0056】(独立気泡率) マルチピクノメーター(湯浅アイオニクス(株)製)を用いてASTM D2856に準じて測定した。

【0057】(シート外観) 目視観察により、シートの裂け、表面のしわ、厚みおよび気泡のばらつきを評価した。

【0058】実施例1

シリンダー径30mm、L/D=24の異方向回転噛合型2軸押出機に、ポリエチレンテレフタレート(固有粘度0.65dl/g)のペレット100部、ピロメリット酸0.6部、トリフェニルホスファイト0.2部の割合で混合した組成物を振動式定量フィーダーより16kg/hの割合で供給してシリンダー温度260～280℃の条件で溶融混練し、樹脂組成物のペレットを作製した。

【0059】つぎに1段目の押出機として、シリンダー後半部に発泡剤注入口を有するシリンダー径45mmの同方向回転噛合型2軸押出機を、2段目の押出機として、先端に口径30mmのサーキュラー金型を付設したシリンダー径50mmの単軸押出機をそなえ、両者を搬

送管で連結したタンデム型押出機に、該ペレット100部、タルク（平均粒径 $3.2\mu\text{m}$ ）0.2部、ブレンドオイル（越谷化成工業（株）製、スーパーイーズ）0.05部の割合で混合した組成物を振動式定量フィーダーより 16kg/h の割合で供給し、1段目押出機後端に設けた発泡剤注入口より発泡剤として液化ブタンガスを溶融物100部に対して2.0部の割合で注入して、以

〔タンデム型押出機の押出条件〕

1段目押出機シリンダー温度	265～290℃
搬送管温度	280～285℃
2段目押出機シリンダー温度	270～280℃
2段目押出機ヘッド温度	270～280℃
2段目押出機金型温度	270℃
押出量	16kg/h
押出樹脂温度	270℃

【0061】えられた発泡シートについて、見かけ密度、気泡の大きさ、独立気泡率およびシート外観を評価した。結果を表1に示す。

【0062】また、発泡剤を注入しなかった以外は前記の方法と同様にしてえられた熱可塑性ポリエステル系樹脂組成物の270℃における溶融物性を前記の方法で測定したところ、伸び指数2における溶融張力は30センチニュートン（cN）、最大伸び指数は7.5であった。

【0063】なお、前記溶融物性は、タルクおよびブレンドオイルを含んだ組成物として測定したものであるが、それらは微量成分であるため、変性した芳香族ポリエステル系樹脂の溶融物性にほとんど影響を与えるものではなく、実質的に変性したポリエステル系樹脂の溶融物性とかかわらないことは実験により確認している。これは、以下実施例2～4および比較例1、2においても同様である。

【0064】実施例2

実施例1において、ピロメリット酸を0.4部とした以外は、実施例1と同様にして樹脂組成物のペレットを作製した。

【0065】について、実施例1と同様にして厚さ1.2mmの平坦な発泡シートをえた。

【0066】えられた発泡シートについて、見かけ密度、気泡の大きさ、独立気泡率およびシート外観を評価した。結果を表1に示す。

【0067】また、発泡剤を注入しなかった以外は前記の方法と同様にしてえられた熱可塑性ポリエステル系樹脂組成物の270℃における溶融物性を測定したところ、伸び指数2における溶融張力は11cN、最大伸び指数は41.0であった。

【0068】実施例3

実施例1において、ピロメリット酸を0.8部とした以外は、実施例1と同様にして樹脂組成物のペレットを作製した。

下に示す条件で大気圧中に連続的に発泡体をおしだした。さらに、表面温度を30℃に保った口径120mmのアルミニウム製円筒状冷却用マンドレルに密着させながら進行させることにより円筒シート状に成形したのち、この円筒状発泡シートを切り開いて厚さ1.3mmの平坦なポリエステル系樹脂発泡シートをえた。

【0060】

【0069】について、2段目押出機金型温度および押出樹脂温度を280℃とした以外は実施例1と同様にして厚さ1.3mmの平坦な発泡シートをえた。

【0070】えられた発泡シートについて、見かけ密度、気泡の大きさ、独立気泡率およびシート外観を評価した。結果を表1に示す。

【0071】また、発泡剤を注入しなかった以外は前記の方法と同様にしてえられた熱可塑性ポリエステル系樹脂組成物の280℃における溶融物性を実施例1と同様にして測定したところ、伸び指数2における溶融張力は17cN、最大伸び指数は5.6であった。

【0072】比較例1

実施例3において、2段目押出機金型温度および押出樹脂温度を270℃とした以外は実施例1と同様にして発泡シートの製造を行なったが、しわおよび裂けが多発し平坦な発泡シートをえることができなかった。

【0073】また、発泡剤を注入しなかった以外は前記の方法と同様にしてえられた熱可塑性ポリエステル系樹脂組成物の270℃における溶融物性を測定したところ、伸び指数2における溶融張力は33cN、最大伸び指数は3.3であった。

【0074】比較例2

実施例1で用いたのと同様のタンデム型押出機に、ポリエチレンテレフタレート（固有粘度 0.65dl/g ）のペレット100部、無水ピロメリット酸0.3部、タルク0.2部、ブレンドオイル0.05部の割合で混合した組成物を振動式定量フィーダーより 16kg/h の割合で供給し、発泡剤注入口より発泡剤として液化ブタンガスを溶融物100部に対して2.0部の割合で注入して、実施例1と同様の条件で大気圧中に連続的に発泡体をおしだした。さらに、表面温度を30℃に保った口径120mmのアルミニウム製円筒状冷却用マンドレルに密着させながら進行させることにより円筒シート状に成形したのち、この円筒状発泡シートを切り開いて厚さ1.2mmの平坦な発泡シートをえた。

【0075】えられた発泡シートについて、見かけ密度、気泡の大きさ、独立気泡率およびシート外観を評価した。結果を表1に示す。

【0076】また、発泡剤を注入しなかった以外は前記の方法と同様にしてえられた熱可塑性ポリエステル系樹

脂組成物の270℃における溶融物性を測定したところ、伸び指数2における溶融張力は2.1cN、最大伸び指数は73であった。

【0077】

【表1】

表 1

実施例 番号	ポリエステル系樹脂の溶融物性		発泡シートの評価結果			
	最大伸び 指数	伸び指数2にお ける張力(cN)	見かけ密度 (Kg/m ³)	平均セル径 (μm)	独立気泡率 (%)	シート外観
1	7.5	26	0.178	80	90	しわ、厚みムラ なく良好
2	41.0	11	0.173	100	89	しわ、厚みムラ なく良好
3	5.6	17	0.214	70	92	しわ、厚みムラ なく良好
比較例1	3.3	33	—	—	—	しわ、裂け多発 シート化できない
比較例2	73	2.1	0.437	250	73	厚みムラ、粗大 気泡あり不良

【0078】

【発明の効果】本発明の製法によれば、簡便な方法で、均一で微細な気泡を有する熱可塑性ポリエステル系樹脂の発泡シートを安定的に製造することができる。本発明

によってえられる発泡シートは、たとえばそのままで緩衝材、包装材などに使用できるほか、耐熱容器、断熱容器、緩衝包装材などに加工するための1次成形材などに利用することができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

B29L 7:00

識別記号

F1